

JC20 Rec'd PCT/PTO 09 JUN 2005

Verfahren zur Herstellung eines Pigmentgranulats sowie Pigmentgranulat und dessen Verwendung

Technisches Gebiet

5

(10

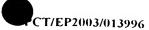
15

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pigmentgranulaten sowie Pigmentgranulate und deren Verwendung nach den Oberbegriffen der Ansprüche 1, 7 oder 17.

Pigmente im Sinne dieser Erfindung sind Feststoffteilchen, die im wässrigen Anwendungsmedium praktisch unlöslich sind. Es gibt unterschiedliche Pigmente, die in wässrigen Systemen zur Anwendung kommen, wie zum Beispiel Titandioxid, Eisenoxid, Zement, Gips, etc. (Inhaltsstoffe). Es muss sich also bei diesen "Pigmenten" nicht notwendig um Farbstoffe handeln.

Derartige Pigmente neigen zur Staubbildung; die Dosierung gestaltet sich aufgrund der schlechten Fließ- oder Rieseleigenschaften und der Neigung zur Brückenbildung in der Dosieranlage äußerst schwierig.

BESTÄTIGUNGSKOPIE



Stand der Technik

Eisenoxidgranulate, die mit Hilfe von wasserlöslichen Bindemitteln hergestellt sind, sind bereits Stand der Technik. Das Bindemittel löst sich im wässrigen Medium auf und gibt das Eisenoxid frei, so dass es in dem wässrigen Medium dispergiert. Die Herstellung solcher Granulate ist kostenintensiv und erfolgt im feuchten Medium. Sie lassen sich gut dosieren und neigen auch nicht zur Staubbildung.

10 Problemstellung

5

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Pigmentgranulat wirtschaftlich so herzustellen, dass es besonders wirksam ist, d. h. dass das Pigmentgranulat nach dem Einbringen in die Flüssigkeit rasch redispergiert und die Teilchen der Inhaltsstoffe zügig freigesetzt werden.

Diese Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen 1, 7 und 17 wiedergegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

20

25

15

Die Ansprüche 1 und 7 stellen alternative Ausführungen der Erfindung dar: Anspruch 1 ist auf eine trockene oder im Wesentlichen trockene Arbeitsweise bei der Herstellung des Pigmentgranulats gerichtet, bei Anspruch 17 werden die Teilchen in eine Flüssigkeit eingemischt und bilden mit dieser eine Suspension, die sprüh- oder wirbelschichtgetrocknet werden kann.

An Pigmentgranulate werden zwei sich widersprechende Anforderungen gestellt: mechanische Stabilität und eine schnelle, vollständige Redispergierung der Teilchen der Inhaltsstoffe. 5

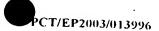
10

15

Durch die Verwendung von cellulosehaltigem Material als Dispergiermittel können beide Anforderungen erfüllt werden. Cellulosehaltiges Material erweist sich dabei als ein sehr gutes Trockenbindemittel und sorgt für die entsprechende Stabilität. Bei der Herstellung der Granulate entfällt dadurch ein energieintensiver Trocknungsschritt. Gleichwohl können sowohl die Teilchen der Inhaltsstoffe als auch die Teilchen des Dispergiermittels als auch die der Granulierung zugeführte Materialmischung eine gewisse Eigenfeuchte von bis zu 25 bis 30 Gewichtsprozent bezogen auf die Trockenmasse aufweisen.

Als alternatives Granulierverfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe bestimmten Pigmentgranulates, bei dem die in Teilchenform vorliegenden Inhaltsstoffe und Dispergiermittelteilchen, letztere in Gestalt mindestens eines cellulosehaltigen Materials, zunächst im Wesentlichen homogen gemischt werden und dann als Suspension vorliegen, wird das Sprüh- oder Wirbelschichtverfahren vorgeschlagen, bei dem Suspensionstropfen einstellbarer Größe ein beheiztes gasförmiges Medium durchwandern und die im Suspensionstropfen enthaltene Mischung aus Inhaltsstoffen und cellulosehaltigem Material zu einem Granulatkorn aggregieren. Es hat sich herausgestellt, dass das cellulosehaltige Material hierbei außerordentlich energiesparend wirkt, wobei die Porosität des cellulosehaltigen Materials hierzu den entscheidenden Beitrag leistet. Das Redispergieren so hergestellter Granulate ist außerordentlich erfolgreich; dies ebenfalls bei guter Förder-, Dosier- und Lagerfähigkeit sowie Staubarmut des Pigmentgranulates.

Wenn das gut fließfähige und staubarme Granulat in Kontakt mit einer wässrigen Flüssigkeit kommt, wird durch das Quellverhalten des cellulosehaltigen Materials das Granulat zerstört, und werden die Teilchen der Inhaltsstoffe im Anwendungsmedium homogen verteilt.



Patentansprüche:

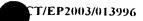
5

10

 Verfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe unter der Wirkung mindestens eines Dispergiermittels bestimmten Pigmentgranulates,

dadurch gekennzeichnet,

- dass die Inhaltsstoffe und das Dispergiermittel in Teilchenform vorliegen, dass das Dispergiermittel in Gestalt mindestens eines cellulosehaltigen Materials vorliegt, und dass die Teilchen der Inhaltsstoffe und des Dispergiermittels trocken oder feucht im Wesentlichen homogen gemischt und nachfolgend trocken oder feucht zu Pigmentgranulat geformt werden.
- Verfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe unter der Wirkung mindestens eines Dispergiermittels bestimmten Pigmentgranulates, dadurch gekennzeichnet, dass die Inhaltsstoffe und das Dispergiermittel in Teilchenform in einer Flüssigkeit im Wesentlichen homogen gemischt als Suspension vorliegen und die Suspension einem Sprüh- oder Wirbelschichttrocknungsverfahren unterzogen wird, wobei die in dem Suspensionstropfen enthaltene Mischung aus Inhaltsstoffen und Dispergiermittel zu einem Granulat aggregieren.
- Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Inhalts stoffe vor dem Mischen zumindest teilweise vorgranuliert werden.
 - 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Teilchen des Dispergiermittels vor dem Mischen zumindest teilweise vorgranuliert werden.



Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, 5. dass das Pigmentgranulat durch Kompaktieren (mechanisches Verdichten) oder durch Aufbaugranulierung oder durch Kombinationen aus diesen Verfahren erzeugt wird.

5

Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigmentgranulat 6. durch eine Kombination der Verfahren nach Anspruch 2 und 5 erzeugt wird.

10

Zur alsbaldigen Auflösung in Flüssigkeit unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe be-7. stimmtes Pigmentgranulat, welches in Teilchenform vorliegende Inhaltsstoffe, darunter mindestens ein Pigment, und mindestens ein Dispergiermittel umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigmentgranulat aus einer im wesentlichen homogenen Mischung der Inhaltsstoffe und des Dispergiermittels besteht und das Dispergiermittel mindestens ein teilchenförmiges cellulosehaltiges Material umfasst.

1.5

8. Pigmentgranulat nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Inhaltsstoffe vor dem Mischen eine Partikelgröße von 0,5 bis 10 000 µm, vorzugsweise eine Partikelgröße von 1 bis 2000 μm oder 10 bis 500 μm, aufweisen.

20

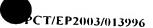
9. Pigmentgranulat nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material des Dispergiermittels vor dem Mischen eine Partikelgröße von 20 bis 2200 μm, vorzugsweise 25 bis 500 μm, aufweisen.

25

Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, 10. dass, wenn das cellulosehaltige Material des Dispergiermittels vor dem Mischen vorgranuliert ist, das vorgranulierte cellulosehaltige Material eine Partikelgröße von 0,1 bis 6,0 mm, vorzugsweise 0,2 bis 1,0 mm, aufweist.

10

one accept to a professional account



- 11. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigmentgranulat das cellulosehaltige Material in einem Gewichtsanteil von 0,5 bis 80 %, vorzugsweise von 1 bis 15 %; enthält.
- Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit verarbeitungsfördernden Hilfsmitteln wie Malto-Dextrin, CMC (Carboxy Methyl Cellulose), Gummi Arabicum, Dextrose, AgarAgar, Polyvinylalkohol (PVA), Kieselsäure oder Trikalziumphosphat aufweist.
 - 13. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material aus Holz gewonnen ist.
- 14. Pigmentgranulat nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das cellu 15 losehaltige Material TMP (Thermo Mechanical Pulp) umfasst.
 - Pigmentgranulat nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material CTMP (Chemo Thermo Mechanical Pulp) umfasst.
- 20 16. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass das cellulosehaltige Material Cellulose umfasst.
- Verwendung von Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass es im Wasser oder mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe redispergiert wird.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intermenal Application No PCT/EP 03/13996

			PCI/EP 03	0/13996
A. CLASS IPC 7	CO9C3/04			
According t	to International Patent Classification (IPC) or to both national classif	ication and IPC		
B. FIELDS	SEARCHED			
IPC /	ocumentation searched (classification system followed by classifica CO9C	,		
	tion searched other than minimum documentation to the extent that			
EPO-In	lata base consulted during the international search (name of data b	ase and, where practical, s	search terms usec	(i)
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the re	elevant passages		Relevant to daim No.
Ρ,Χ	DE 102 11 427 A (RETTENMAIER & SOEHNE GMBH & CO) 2 October 2003 (2003-10-02) paragraphs '0005! - '0031!; claims 1-12			1-17
X	GB 2 009 204 A (CIBA GEIGY AG) 13 June 1979 (1979-06-13) page 1, line 23 - page 3, line 5 1-11; examples 12,18	1,7		
Α	DE 198 55 203 A (BAUER KURT HEINZ) 31 May 2000 (2000-05-31) page 2, line 1 - line 65 page 4, line 35 - line 45			1-17
Α	DE 29 40 156 A (CIBA GEIGY AG) 17 April 1980 (1980-04-17) claims 1-8; examples 5,6,11,15	-/		1,7
1	-	-/ 	1	
X Furth	er documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family men	mbers are listed in	nannex.
° Special cat	egories of cited documents:			
"A" documer conside	nt defining the general state of the art which is not ered to be of particular relevance	*T* later document publish or priority date and no cited to understand the invention	ot in conflict with the principle or the	the application but ory underlying the
E earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another		"X" document of particular cannot be considered involve an inventive s "Y" document of particular	novel or cannot le step when the doc	be considered to rument is taken alone
O documer	or other special reason (as specified) nt referring to an oral disclosure, use, exhibition or	cannot be considered document is combine	i to involve an inv	entive step when the
"P" documen	leans I published prior to the international filing date but	ments, such combina in the art. *&* document member of the second secon	ition being obviou:	s to a person skilled
Date of the ad	ctual completion of the international search	Date of mailing of the i		
29	April 2004	10/05/200)4	
Name and me	ailing address of the ISA	Authorized officer		
	European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl.		•	
	Fax: (+31-70) 340-2040, 1x. 31 651 epo ni, Fax: (+31-70) 340-3016	Siebel, E	•	

....



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intermenal Application No

MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	PCT/EP 03/13996
ocument, with indication, where appropriate of the reference	
	Relevant to claim No.
3/40462 A (HERZOG STEFAN; RETTENMAIER OTTO (DE)) eptember 1998 (1998-09-17) whole document	Pelayori to alivi

Participation of the angle of the state of the second consequence of the state of the second consequence of the state of the second consequence of the state of the state of the second consequence of the state of the second consequence of the state of the state of the second consequence of the state of the second consequence of the state of the second consequence of the second con

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/EP 03/13996

	·				PUIZEP	03/13996
	Patent document ed in search report		Publication date	ĺ	Patent family member(s)	Publication date
DE	10211427	A	02-10-2003	DE US	10211427 A1 2003175400 A1	02-10-2003 18-09-2003
GB	2009204	Α	13-06-1979	CA	1122784 A1	04-05-1982
				CH	635862 A5	29-04-1983
				DE	2844710 A1	26-04-1979
				DK	457278 A ,B,	16-04-1979
				FR	2405983 A1	11-05-1979
				IT	1159934 B	04-03-1987
				JP	1430547 C	24-03-1988
				JP	54065731 A	26-05-1979
				JP	62039181 B	21-08-1987
				NL	7810333 A	18-04-1979
				บร	4264552 A	28-04-1981
DE	19855203	Α	31-05-2000	DE	19855203 A1	31-05-2000
				AT	252132 T	15-11-2003
				DE	59907365 D1	20-11-2003
				DK	1006148 T3	23-02-2004
-~-				EP	1006148 A1	07-06-2000
DΕ	2940156	Α	17-04-1980	CA	1154635 A1	04-10-1983
				CH	643875 A5	29-06-1984
				DE	2940156 A1	17-04-1980
				DK	419979 A ,B,	07-04-1980
				GB	2036057 A ,B	25-06-1980
				IT	1125449 B	14-05-1986
				JP	55054355 A	21-04-1980
				NL US	7907417 A	09-04-1980
					4277288 A	07-07-1981
WO	9840462	A	17-09-1998	DE	19709991 A1	17-09-1998
				AT	205875 T	15-10-2001
				MO	9840462 A1	17-09-1998
			•	DE	59801528 D1	25-10-2001
•				DK	970181 T3	28-01-2002
			•	EP	0970181 A1	12-01-2000
				ES PT	2165155 T3 970181 T	01-03-2002
					M/IIIXI L	28-12-2001

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intermales Aktenzeichen PCT/EP 03/13996

A. KLASSIF	IZIERUNG DES A	NMELDUNGSGE	CELICEALIBEO
T 01/		*************************	GENSTANUES
IPK /	LUAL TANA		
TIV /	UU3U3/U4		

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klasslfikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 C09C

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultlerte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Р,Х	DE 102 11 427 A (RETTENMAIER & SOEHNE GMBH & CO) 2. Oktober 2003 (2003-10-02) Absätze '0005! - '0031!; Ansprüche 1-12	1-17
x	GB 2 009 204 A (CIBA GEIGY AG) 13. Juni 1979 (1979-06-13) Seite 1, Zeile 23 - Seite 3, Zeile 5; Ansprüche 1-11; Beispiele 12,18	1,7
A	DE 198 55 203 A (BAUER KURT HEINZ) 31. Mai 2000 (2000-05-31) Seite 2, Zeile 1 - Zeile 65 Seite 4, Zeile 35 - Zeile 45	1–17
\	DE 29 40 156 A (CIBA GEIGY AG) 17. April 1980 (1980-04-17) Ansprüche 1-8; Beispiele 5,6,11,15	1,7
ĺ	-/ ··	. •

Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :	*T* Control VostMardish
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	*T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erführen.
E ålteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	Theorie angegeben ist
L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhalt er- scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichen bei der	"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer T\u00e4tigkeit beruhend betrachtet werden
soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" verffentlichung die eine ausgeführt."	erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet
O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröftentlicht worden ist	werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kalegorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patenttamilie ist
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
	de la
29. April 2004	10/05/2004
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2	Bevollmächtigter Bediensteter
NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Siebel, E

Siehe Anhang Patentfamilie



Intermonales Aktenzeichen
PCT/EP 03/13996

(Fortest	UGO) ALS WESENTI ICH ANGEST TO	PCT/EP 0	3/13996		
C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Kategorie* Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch N					
	2		ben. Anspiden Nr.		
A	WO 98/40462 A (HERZOG STEFAN ; RETTENMAIER JOSEF OTTO (DE)) 17. September 1998 (1998-09-17) das ganze Dokument 		1-17		
			• ·		
	•				

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intermales Akrenzeichen PCT/EP 03/13996

			PCT/EP 03/13996			
ıngefül	Recherchenbericht hrtes Patentdokum		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE	10211427	Α	02-10-2003	DE	10211427 A1	02-10-2003
	· 			US	2003175400 A1	18-09-2003
GB	2009204	Α	13-06-1979	CA	1122784 A1	04-05-1982
				CH	635862 A5	29-04-1983
				ÐΕ	2844710 A1	26-04-1979
				DK	457278 A .B.	16-04-1979
				FR	2405983 A1	11-05-1979
				ΙT	1159934 В	04-03-1987
				JP	1430547 C	24-03-1988
				JP	54065731 A	26-05-1979
				JP	62039181 B	21-08-1987
				NL	7810333 A	18-04-1979
				US	4264552 A	28-04-1981
DE	19855203	Α	31-05-2000	DE	19855203 A1	31-05-2000
				ΑT	252132 T	15-11-2003
				DE	59907365 D1	20-11-2003
				DK	1006148 T3	23-02-2004
				EP	1006148 A1	07-06-2000
DE	2940156	Α	17-04-1980	CA	1154635 A1	04-10-1983
				CH	643875 A5	29-06-1984
				DE	2940156 A1	17-04-1980
				DK	419979 A ,B,	07-04-1980
				GB	2036057 A .B	25-06-1980
				ΙT	1125449 B	14-05-1986
				JP	55054355 A	21-04-1980
				NL	7907417 A	09-04-1980
				US	4277288 A	07-07-1981
WO 9	9840462	Α	17-09-1998	DE	19709991 A1	17-09-1998
				AT	205875 T	15-10-2001
				WO	9840462 A1	17-09-1998
				DE	59801528 D1	25-10-2001
				DK	970181 T3	28-01-2002
				EP	0970181 A1	12-01-2000
				ES	2165155 T3	01-03-2002
				PT	970181 T	28-12-2001